

JP 00/4000 日本国特許庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

19.06.00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

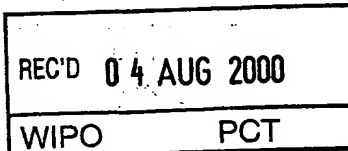
1999年 7月21日

出願番号  
Application Number:

平成11年特許願第205836号

出願人  
Applicant(s):

鐘紡株式会社

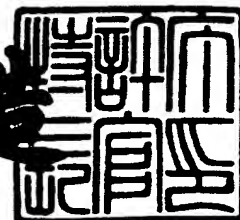


PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 7月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3057454

【書類名】 特許願

【整理番号】 P110721-01

【提出日】 平成11年 7月21日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 6/92

【発明者】

    【住所又は居所】 山口県防府市鐘紡町4番1号 カネボウ合繊株式会社内

    【氏名】 梶山 宏史

【発明者】

    【住所又は居所】 山口県防府市鐘紡町4番1号 カネボウ合繊株式会社内

    【氏名】 上田 秀夫

【特許出願人】

    【識別番号】 000000952

    【氏名又は名称】 鐘紡株式会社

    【代表者】 帆足 隆

    【電話番号】 03-5446-3575

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 010205

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 マルチフィラメント及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 L体が98%以上であり、相対粘度が2.7~3.9であり、モノマー量が0.5重量%以下であり、Sn（錫）の含有量が30ppm以下であり、直鎖状であるポリ乳酸樹脂からなる事を特徴とするマルチフィラメント。

【請求項2】 L体が98%以上であり、モノマー量が0.5重量%以下であり、Sn（錫）の含有量が30ppm以下であり、直鎖状であり、分子量が重量平均分子量Mw：12万~22万、数平均分子量Mn：6万~11万である事を特徴とするマルチフィラメント。

【請求項3】 引張強度4.5g/d以上、沸水収縮率が12%以下で、複屈折が0.030以上、熱応力のピーク温度が85℃以上である請求項1又は2記載のマルチフィラメント。

【請求項4】 ポリ乳酸繊維を製造するに際して、請求項1又は2に記載のポリ乳酸を用い、3000m/分以上4500m/分以下で紡糸した後、延伸温度100℃~125℃で、1.3倍以上延伸した後、125℃~150℃で熱セットする事を特徴とするポリ乳酸マルチフィラメントの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、生分解性を有する合成繊維並びに当該繊維の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

現在最も広く利用されているマルチフィラメント繊維素材は、ポリエチレンテレフタレートに代表されるポリエステルや、6ナイロン、66ナイロンに代表されるポリアミドなどの合成樹脂である。

【0003】

合成樹脂は大量に安価に製造できるというメリットがある反面、使用後の廃棄

方法をめぐる問題がある。すなわち、上述した合成樹脂からなる繊維は自然環境中では殆ど分解せず、焼却をすると高い燃焼熱を発生する恐れがある。

【0004】

そこで、最近では生分解性を有する合成樹脂であるポリカプロラクトンやポリ乳酸等を繊維用途に利用する提案がなされている。確かにこれらの合成樹脂は生分解性を有するという長所があるが、従来の（非生分解性）合成樹脂に較べて実用性という点では問題が多い。

【0005】

従来ポリ乳酸系生分解性繊維は、3000m/分以下の低速で紡糸した後、延伸行程を行うコンベンショナル法で繊維を製造する方法が採用されている。例えば、特開平7-216646号公報や、特開平7-133569号公報では、1000m/分以下で紡出した未延伸ポリ乳酸繊維を巻き取り、延伸行程にて配向繊維を得る方法が提案されているがポリエチレングリコールを共重合する必要がある。

【0006】

しかし、これらの方法でも、製造工程の操業性を改良する事は難しく、従来の（非生分解性）合成樹脂を原料とする繊維に匹敵する物性・操業性の繊維を得ることはできなかった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者等は、繊維の原料となるポリ乳酸の物性を厳しく吟味し、特定の物性のポリ乳酸を用い、紡糸・延伸工程を検討する事によって、強度、伸度、沸収等の物性値がポリエステル、ナイロン繊維並みの物性を有し、織り・編み・染色等の後工程でも、ポリエステル、ナイロン繊維並みの加工性を得る事のできるポリ乳酸マルチフィラメントの製造方法を提供するにある。

【0008】

【課題を解決する為の手段】

上述の目的は、L体が98%以上であり、相対粘度が2.7～3.9であり、モノマー量が0.5重量%以下であり、Sn（錫）の含有量が30ppm以下で

あり、直鎖状であるポリ乳酸樹脂からなる事を特徴とするマルチフィラメントにより達成できる。。

## 【0009】

## 【発明の実施の形態】

本発明に用いるポリ乳酸は直鎖状の構造を有する。すなわち分岐構造を殆ど持たないものである。従来の提案では、溶融粘度や重合度を改良する目的でポリ乳酸を重合する際に少量の分岐剤を添加する事が行われていた。しかしながら、ポリ乳酸繊維の製造に際しては、原料樹脂の分岐構造は、通常のポリエステル繊維に比べて、はるかに紡糸操業性にマイナスに作用する事が本発明者等によって確認された。すなわち分岐構造が僅かでも存在するポリ乳酸は分岐構造が無い物に比べると引っ張り強度が弱いという問題がある。

## 【0010】

分岐構造を排する為には、ポリマーの原料に分岐構造を生成させるもの、3価、4価のアルコールやカルボン酸等を一切利用しないのが良いが、何らかの別の理由でこれらの構造を持つ成分を使用する場合であっても、紡糸時の糸切れ等、紡糸操業性に影響を及ぼさない必要最小限度の量にとどめることが肝要である。

## 【0011】

本発明に用いるポリ乳酸はL-乳酸とD-乳酸、あるいは乳酸の2量体であるL-ラクチドやD-ラクチドを原料とするものであるが、L-体の比率が98%以上のものであることが肝要である。これはD-体の比率が上昇すると非晶構造になり、紡糸・延伸工程で配向結晶が進まず、得られる繊維の物性が劣る為である。特に引っ張り強度が著しく低下し、一方沸水収縮率が過大となり、実用上使用する事が不可能である。

## 【0012】

本発明に用いるポリ乳酸は、ポリマー中のSnの含有量が30ppm以下である必要があり、好ましくは20ppm以下である。Sn系の触媒はポリ乳酸の重合触媒として使用されるが、30ppmを超える量存在すると、紡糸時に解重合が起きてしまい、口金濾過圧が短時間で上昇し、紡糸操業性が著しく低下する。

## 【0013】

S<sub>n</sub>の量を少なくする為には、重合時に使用する量を少なくしたり、チップを適当な液体で洗浄すればよい。

## 【0014】

本発明に用いるポリ乳酸は、モノマーの含有量が0.5重量%以下、好ましくは0.3重量%以下、特に好ましくは0.2重量%以下である。本発明に言うモノマーとは後述するGPC分析により算出される分子量1000以下の成分である。モノマー量が0.5重量%を超えると、紡糸・延伸行程で糸切れ等が発生し操業性が著しく低下する。これはモノマー成分が熱により分解する為、ポリ乳酸の耐熱性を低下させるからであると考えられる。

## 【0015】

ポリ乳酸中のモノマー量を少なくする為には、重合反応完了間際に反応槽を真空吸引して未反応のモノマーを取り除く、重合チップを適当な液体で洗浄する、固相重合を行うなどの方法を行う。

## 【0016】

本発明に用いるポリ乳酸は、その重量平均分子量M<sub>w</sub>が好ましくは12万～22万であり、さらには13万～16万がより好ましい。また、数平均分子量M<sub>n</sub>が好ましくは6万～11万、さらには7万～9万がより好ましい。分子量がこの範囲にあると優れた紡糸性、十分な引っ張り強度を得る事ができるが、この範囲外であると紡糸時の分子量低下が大きく、十分な引張強度を得る事ができない。

## 【0017】

本発明に用いるポリ乳酸は、その相対粘度( $\eta_{rel}$ )が2.7～3.9である。この範囲より低いとポリマーの耐熱性が悪くなり、十分な引張強度を得る事ができず、逆に高くなると紡糸温度を上げねばならず、紡糸時の熱劣化が大きい。好ましくは、2.9～3.3がよい。

## 【0018】

マルチフィラメントの相対粘度は、紡糸による低下率が低い程良く、例えばマルチフィラメントの場合、ポリマーに対しての粘度低下率は7%以下であることが好ましい。7%以下の場合、紡糸時のポリマーの分解が殆ど無く、紡糸時の糸切れ等の発生もないため紡糸性が良く、延伸工程での引っ張り強度も特に強くな

るからである。

【0019】

本発明では、紡糸速度を3000m/分以上4500m/分以下で紡糸した後、延伸温度を100℃～125℃で、1.3倍以上延伸した後、125℃～150℃で熱セットする事を特徴とする点である。

【0020】

紡糸速度が3000m/分以下では、配向結晶化が不十分で、110℃以上の延伸温度で糸切れが多発し操業性が極めて悪い。又、4500m/分を超えると、糸揺れ、冷却斑等が発生し操業安定性にかける。

【0021】

延伸温度が110℃未満では配向結晶が進まず、糸切れ、延伸斑が発生する。又、125℃を超えると延伸温度が高すぎ延伸時に糸切れが発生する。

【0022】

延伸倍率は1.3倍以上でないと、糸の引張強度が4.5g/d未満と弱く、加工工程で問題が発生する。延伸倍率は1.3倍以上であれば、伸度を調整し、各種加工で使用する事ができる。得られるマルチフィラメントの強伸度のバランス等を考慮すると、延伸倍率は1.3～1.8が好ましく、さらに好ましくは1.5～1.7である。

【0023】

熱セット温度は、125℃未満であればセット温度が低いために、沸水収縮率が高くなり、後加工での収縮が大きく使用できない。150℃を超えると、ポリ乳酸繊維の融点に近づき糸切れが発生する。フィラメントの生産性等を考慮するとセット温度は135～150℃が好ましい。

【0024】

本発明のマルチフィラメントは、引張強度4.5g/d以上が好ましい。引張強度が4.5g/d以上では各種加工で糸切れ等が発生しないので好ましい。又、引張強度が4.5g/d以上になるには複屈折が0.030以上が必要である。

【0025】

マルチフィラメントの熱応力のピーク温度は、常圧染色で染色する場合、染色時のへたりを防ぐために85℃以上である事が好ましく、さらに好ましくは90℃以上必要である。熱応力のピーク温度が85℃以上では染色時のへたりが小さくなるので好ましい。

## 【0026】

## 【発明の効果】

本発明の製造方法を用いてポリ乳酸繊維を製造すれば、操業性と繊維物性に優れる生分解性繊維を得る事が出来る。すなわち、耐熱性に優れ熱劣化による紡糸性低下がなく、操業性に優れており、強度、伸度、沸収等の物性値がポリエステル、ナイロン繊維並みの物性を有し、織り・編み等の後工程でも、ポリエステル、ナイロン繊維並みの加工性を得る事ができ、さらに染色時にへたりの少ないポリ乳酸繊維を得る事ができる。

## 【0027】

## 【実施例】

以下、実施例により具体的に本発明を説明する。最初に、ポリマー物性の分析方法を紹介する。

## 【0028】

## &lt;分子量&gt;&lt;モノマー量&gt;

試料を10mg/mLの濃度になるようクロロホルムに溶かした。クロロホルムを溶媒としてGPC分析を行いMw、Mnを測定した。検出器はRIを用い、分子量の標準物質としてポリスチレンを用いた。

なお、分子量1000以下の成分の割合からポリマー中のモノマー量を算出した。

## 【0029】

<相対粘度 $\eta_{rel}$ >

フェノール/テトラクロロエタン=60/40の混合溶媒に試料を1g/dlの濃度になるよう溶解し、20℃でウベローデ粘度管を用いて相対粘度を測定した。

## 【0030】



# <Sn含有量>

0.5gの試料を硫酸/硝酸により湿式灰化した。これを水で希釈して50mL溶液とし、ICP発光分析法により測定した。

## 【0031】

### (強伸度の測定)

島津製作所製引っ張り試験機を用い、試料長20cm、速度20cm/minで引っ張り試験を行い破断強度を引っ張り強度、破断伸度を伸度とした。

## 【0032】

### (沸水収縮率)

初期値50cmの試料に初期過重200mgをかけて沸騰水中に15分間浸漬し、5分間風乾した後、次式により沸水収縮率を求めた。

沸水収縮率(%) = (初期試料長 - 収縮後の試料長) / 初期試料長 × 100

## 【0033】

### (紡糸時粘度低下率)

紡糸ノズルから出てきたマルチフィラメントの相対粘度( $\eta_{rel}$ )を測定し、次式により求めた。本実施例における溶融ポリマーの滞留時間は約10分である。

紡糸時粘度低下率(%) = { (ポリマー相対粘度 - フィラメントの相対粘度) / ポリマー相対粘度 } × 100

## 【0034】

### (複屈折)

繊維の複屈折 $\Delta n$ は、浸漬液に $\alpha$ -ブロモナフタリンを用い、ベレックコンペンセータ法にて測定した。

## 【0035】

### (熱応力)

カネボウエンジニアリング製熱応力測定装置 TYPE KE-2Sにて測定した。

## 【0036】

### [ポリマーの重合]

L-ラクチド、D-ラクチドを原料として、オクチル酸スズを重合触媒として、定法によりポリ乳酸を重合した。比較の為に、架橋剤としてトリメリット酸を 0.1 モル%を加えたものも重合した。得られたポリマーは 135℃で固相重合を行い、残存モノマー量の低減を図ったが一部は比較のために固相重合を行わなかった。

【0037】

紡糸操業性は以下のように評価・測定した。

【0038】

(紡糸性評価①)

熔融紡糸により連続 7 日間の紡糸を行った。紡糸時の糸切れの発生頻度を、以下の 3 段階 (A~C) の基準により評価した。

A ; 糸切れ回数が、0 回 / 7 日

B ; 糸切れ回数が、1 ~ 2 回 / 7 日

C ; 糸切れ回数が、3 回以上 / 7 日

【0039】

(紡糸性評価②)

連続 7 日間の紡糸工程の際に、濾圧上昇等の理由により紡糸口金を交換しなければならなくなった場合、その口金寿命を日数で評価した。

【0040】

(紡糸性評価③)

延伸工程における糸切れの発生頻度を 3 段階で評価した。(A~C)

A ; 糸切れ回数が 0 回 / 7 日

B ; 糸切れ回数が 1 ~ 2 回 / 7 日

C ; 糸切れ回数が 3 回以上 / 7 日

【0041】

(毛羽)

延伸で巻き取った糸の毛羽の発生具合を、以下の 2 段階の基準 (O、X) で評価した。

O ; 毛羽の発生がない

×；毛羽の発生が見られる。

【0042】

(フィラメント生産性)

紡糸評価①～③と、毛羽の発生具合を勘案して、マルチフィラメントの生産性を以下の3段階の基準(A～C)で総合評価した。

A；大変良好

B；良好

C；不良

【0043】

(染色後へたり)

マルチフィラメントを筒編みサンプルを作成し、分散染料を用いて常圧染色し、染色後サンプルのへたり具合を以下の3段階の基準(A～C)で総合評価した。

A；大変良好(へたり全くなし)

B；良好

C；不良(へたりが大きく商品として使用不可)

【0044】

実施例1～2，比較例1～5

表1はポリマー中のSn含有量を変えたポリマーを紡糸速度3800m/分で紡糸した時の紡糸性①、②と口金寿命の評価結果である。

【0045】

比較例1～3については、Sn含有量(残存触媒量)が特に多いため、紡糸時に解重合が起き、紡糸時の粘度低下率が極めて大きく、紡糸は極めて困難で、口金寿命も1日と短く、実用的には使用できない。

【0046】

比較例4は紡糸時の粘度低下率が17.6%と改良されたが、やはりSn含有量が多いため、口金寿命が3日しかなく、実生産では使用できない。

【0047】

比較例5は、紡糸時の粘度低下率が12.3%と改良されたため、口金寿命は6日に延びたが、やはりSn含有量が35ppmと多いため、7日以上口金寿命

を得る事ができなかった。

【0048】

実施例1, 2はSn含有量が50ppm以下であるために紡糸時の粘度低下率が5.0と少なく紡糸性、口金寿命は極めて良好であった。

【0049】

【表1】

No	実施例		比較例				
	1	2	1	2	3	4	5
Sn含有量 (ppm)	26	17	824	412	82	62	35
ポリマー 相対粘度 ( $\eta_{rel}$ )	2.93	2.98	2.96	2.95	2.97	2.94	3.00
モリヤン量 (重量%)	0.26	0.25	0.26	0.23	0.25	0.24	0.26
Mw	$12.5 \times 10^4$	$13.9 \times 10^4$	$13.9 \times 10^4$	$13.9 \times 10^4$	$13.7 \times 10^4$	$13.5 \times 10^4$	$14.4 \times 10^4$
Mn	$6.6 \times 10^4$	$6.9 \times 10^4$	$6.8 \times 10^4$	$6.7 \times 10^4$	$6.9 \times 10^4$	$6.6 \times 10^4$	$7.0 \times 10^4$
分岐構造	無し	無し	無し	無し	無し	無し	無し
L体(%)	97.8	96.4	96.4	97.0	96.6	95.5	97.1
紡糸温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	230	230	230	230	230	230	230
紡糸粘度 低下率(%)	5.0	3.6	73.6	64.3	52.3	17.6	12.3
紡糸速度 (m/分)	3800	3800	3800	3800	3800	3800	3800
紡糸性①	A	A	C	C	C	C~B	B
紡糸性②	$\geq 7$	$\geq 7$	1	1	1	3	6

【0050】

実施例 3～5、比較例 6～9 の表 2 はポリマー中のモノマー量を変えて、紡糸速度を 3500 m/分で巻き取った時の紡糸性、口金寿命の結果である。

【0051】

比較例 6～8 については、ポリマー中のモノマーが特に多いため、紡糸時に熱分解が起きてしまい、紡糸時のポリマー粘度低下率が大きく、紡糸は極めて困難であり、口金寿命も 1 日しかなく、実用的には使用できない。

【0052】

比較例 9 は、やはりまだモノマー量が多く、口金寿命が 5 日しかないため実生産では使用できない。

【0053】

実施例 3～5 に付いては、モノマー量を 0.5 重量%以下にする事で、紡糸時の熱分解を抑える事ができたため、紡糸時の粘度低下率が 5%以下まで改善され、紡糸性、口金寿命、延伸時の毛羽発生具合は極めて良好であった。

【0054】

【表 2】

	実 施 例			比 較 例			
	3	4	5	6	7	8	9
No							
モノマー量(重量%)	0.46	0.26	0.15	10.2	5.76	3.46	0.98
ポリマー相対粘度 ( $\eta$ rel)	2.97	2.96	2.56	2.96	2.89	2.92	3.02
分岐構造	無し	無し	無し	無し	無し	無し	無し
Sn含有量 (ppm)	19	21	16	18	19	18	17
L体(%)	96.8	98.4	98.4	95.4	96.0	95.6	96.5
Mw	$13.8 \times 10^4$	$14.0 \times 10^4$	$14.4 \times 10^4$	$13.9 \times 10^4$	$13.7 \times 10^4$	$12.5 \times 10^4$	$14.4 \times 10^4$
Mn	$6.8 \times 10^4$	$6.9 \times 10^4$	$7.0 \times 10^4$	$6.7 \times 10^4$	$6.9 \times 10^4$	$6.6 \times 10^4$	$7.0 \times 10^4$
紡糸温度(°C)	230	230	230	230	230	230	230
紡糸速度 (m/分)	3500	3500	3500	3500	3500	3500	3500
紡糸粘度低下率 (%)	5	2	1.5	2.5	2.0	1.5	1.0
紡糸性①	A	A	A	C	C	C	B
紡糸性②	$\geq 7$	$\geq 7$	$\geq 7$	1	1	2	5

【0055】

実施例 6～7，比較例 10～14

表 3、4 は、Sn 含有量を 30 ppm 以下、モノマー量を 0.5% 以下にして、L 体の比率、分岐構造の有リ／無し、ポリマーの分子量、相対粘度変化させ、紡糸速度・延伸条件を一定にした時のマルチフィラメントの生産性・マルチフィ

ラメント物性の結果である。

【0056】

実施例 6, 比較例 10 は分岐構造の有リ／無し以外はほぼ同様の物性を持つポリマーであるが、分岐構造が有る比較例 10 は、紡糸性がやや悪く、延伸時に毛羽の発生が見られ、得られた糸も引っ張り強度が分岐が無いものに比べて弱く、4 g/d 未満で、複屈折 ( $\Delta n$ ) も 0.03 以下であり、熱応力のピーク温度が 85℃ 以下であるため、染色時のへたりが大きく実用的には使用できない。

【0057】

また L 体の比率が 95% 未満である表 4 の比較例 14 は、L 体の比率が下がったために紡糸・延伸時に配向結晶が進まず、引っ張り強度が 4 g/d 未満と弱く、沸水収縮率も 30% 以上で、通常の織り・編み加工での寸法安定性が悪くマルチフィラメントとして実用的には使用できない。

【0058】

比較例 11 は、分子量、相対粘度が低いために、紡糸・延伸性が悪くなり、引っ張り強度も 4 g/d 未満と弱くなる。逆に比較例 12, 13 は、分子量、相対粘度が高いために紡糸温度を上げなければならず、紡糸温度を上げた事で、紡糸時の粘度低下率が 15% 以上まで大きくなり、紡糸・延伸性は悪く、延伸時に毛羽発生等の問題が発生し実生産には使用できない。

【0059】

【表 3】

No	実 施 例	
	6	7
モノマー量(重量%)	0.27	0.27
ポリマー相対粘度 ( $\eta_{rel}$ )	3.02	3.68
分岐構造	無し	無し
Sn含有量(ppm)	18	17
L体(%)	98.7	96.0
Mw	$14.6 \times 10^4$	$19.5 \times 10^4$
Mn	$7.2 \times 10^4$	$9.4 \times 10^4$
紡糸温度(°C)	230	230
紡糸粘度低下率(%)	3	4
紡糸速度 (m/分)	3500	3500
紡糸性①	A	A
紡糸性②	$\geq 7$	$\geq 7$
延伸温度(°C)	110	110
延伸倍率	1.70	1.70
セット温度(°C)	145	145
紡糸性③	A	A
毛羽	○	○
フィラメント生産性	A	A
引張強度(g/d)	5.02	4.96
伸度(%)	30.3	30.8
沸水収縮率(%)	9.8	14.8
複屈折( $\Delta n$ )	0.0350	0.0367
ピーク熱応力温度 (°C)	90	91
染色後へたり	A	A

【0060】



【表 4】

No	比較例				
	10	11	12	13	14
モノマー量(重量%)	0.26	0.26	0.25	0.24	0.27
ポリマー相対粘度 ( $\eta_{rel}$ )	3.04	2.58	4.02	4.03	3.02
分岐構造	有り	無し	無し	有り	無し
Sn含有量 (ppm)	19	18	20	18	21
L体(%)	99.0	96.4	97.0	98.7	92.6
Mw	$14.8 \times 10^4$	$10.2 \times 10^4$	$23.8 \times 10^4$	$24.0 \times 10^4$	$14.5 \times 10^4$
Mn	$7.6 \times 10^4$	$5.4 \times 10^4$	$12.1 \times 10^4$	$12.4 \times 10^4$	$7.1 \times 10^4$
紡糸温度(°C)	230	230	245	245	230
紡糸粘度低下率 (%)	6	8	15	20	3
紡糸速度 (m/分)	3500	3500	3500	3500	3500
紡糸性①	B	B	C	C	A
紡糸性②	4	4	5	3	$\geq 7$
延伸温度(°C)	110	110	110	110	110
延伸倍率	1.70	1.70	1.70	1.70	1.70
セット温度(°C)	145	145	145	145	145
紡糸性③	B	C	C	C	B
毛羽	×	×	×	×	×
フィラメント 生産性	C	B	C	C	B
引張強度(g/d)	3.98	3.82	4.02	3.86	3.03
伸度(%)	29.6	28.7	30.2	29.8	30.3
沸水収縮率(%)	10.2	10.1	9.7	10.2	30.5
複屈折( $\Delta n$ )	0.0276	0.0265	0.0289	0.0266	0.0235
ピーク熱応力温度 (°C)	82	81	81	82	80
染色後へたり	C	B	B	C	C

## 【0061】

実施例 8～10、比較例 15～19 の表 5、6 は、表 1～4 の結果を基にポリマー物性を、相対粘度 3.09、L 体量 98.2%、モノマー量 0.26 wt % で分岐構造を持たないポリ乳酸ポリマーの紡糸・延伸条件を変えた時の紡糸操作性・マルチフィラメント物性の結果である。

## 【0062】

実施例 8 と比較例 15 は同条件で紡糸した糸を、延伸倍率を変えた結果であるが、延伸倍率が 1.3 倍以下である比較例 15 は引張強度、複屈折共に低く、マルチフィラメントとして実用的には使用できない。

【0063】

比較例 16 は、紡糸速度を 2800 m/分まで下げた時のテスト結果であるが、2800 m/分の巻き取り速度では、配向結晶化が不十分で延伸温度に耐える事ができず、糸切れが多発しマルチフィラメントの生産性が低く実用的には使用できない。

【0064】

実施例 9 と比較例 17 は同条件で巻き取った後、延伸温度を変えた時の結果である。延伸温度が低い比較例 17 は、延伸温度が 100℃よりも低いため、延伸温度が不十分であり糸切れ毛羽の発生が見られ、得られた糸も引張強度が弱く、複屈折も低いため実用的には使用できない。

【0065】

実施例 9 と比較例 17 は同条件で巻き取った後、セット温度を変えた時の結果である。比較例 17 ではセット温度が 125℃よりも低いため沸水収縮率が 20%以上と高く、染色等の後工程での寸法安定性が悪く実用的には使用できない。

【0066】

比較例 14 は紡糸速度を 4500 m/分を超える紡速で紡糸した結果である。紡糸速度 4800 m/分では、紡糸時の糸揺れ、冷却斑が発生し糸切れが多発し操業安定性が悪く、実用的には使用できないが、紡糸速度を 4500 m/分の実施例 10 では紡糸・延伸時には全く問題が無く、得られたマルチフィラメントの物性も良好であった。

【0067】

【表 5】

	実 施 例		
No	8	9	10
紡糸温度(℃)	230	230	230
紡糸粘度低下率(%)	3	3	3
紡糸速度 (m/分)	3200	4000	4500
紡糸性①	A	A	A
紡糸性②	≥ 7	≥ 7	≥ 7
延伸温度 (℃)	105	115	120
延伸倍率	1.7	1.5	1.3
セット温度(℃)	145	135	150
紡糸性③	A	A	A
毛羽	○	○	○
フィラメント生産性	A	A	A
引張強度(g/d)	4.89	5.04	5.10
伸度(%)	27.6	28.9	30.0
沸水収縮率(%)	10.2	9.8	9.7
複屈折 (Δn)	0.0332	0.0386	0.0394
ピーク熱応力温度 (℃)	87	92	93
染色後へたり	A	A	A

【0068】

【表 6】

No	比較例				
	15	16	17	18	19
紡糸温度(℃)	230	230	230	230	230
紡糸粘度低下率 (%)	3	3	3	3	3
紡糸速度 (m/分)	3200	2800	4000	4000	4800
紡糸性①	○	○	○	○	×
紡糸性②	≥7	≥7	≥7	≥7	≥7
延伸温度(℃)	105	105	90	105	120
延伸倍率	1.2	1.9	1.5	1.5	1.3
セット温度(℃)	150	150	150	115	150
紡糸性③	C	C	B	A	C
毛羽	×	×	×	○	×
フィラメント 生産性	C	C	B	B	C
引張強度(g/d)	3.21	4.12	3.96	4.87	4.74
伸度(%)	35.0	27.6	27.4	28.6	25.4
沸水収縮率(%)	15.0	11.7	10.5	20.7	9.8
複屈折(Δn)	0.0251	0.0271	0.0281	0.0310	0.0364
ピーク熱応力温度 (℃)	78	81	79	83	90
染色後へたり	C	B	B	C	B

【書類名】要約書

【要約】

【課題】操業性に優れ、繊維物性に優れるポリ乳酸繊維とその製造方法を提供する。

【解決手段】L体が95%以上であり、相対粘度が2.7~3.9であり、モノマー量が0.5重量%以下であり、Snの含有量が30ppm以下であり、直鎖状であるポリ乳酸樹脂を使用して、3000m/分以上4500m/分以下で紡糸した後、延伸温度100℃~125℃で、1.3倍以上延伸した後、125℃~150℃で熱セットし、得られたフィラメントの引張強度4.5g/d以上、沸水収縮率が12%以下で、複屈折が0.030以上、熱応力測定値のピーク温度が85℃以上の物性を持つポリ乳酸マルチフィラメントの製造方法。

【選択図】なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000952]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都墨田区墨田5丁目17番4号

氏 名 鐘紡株式会社